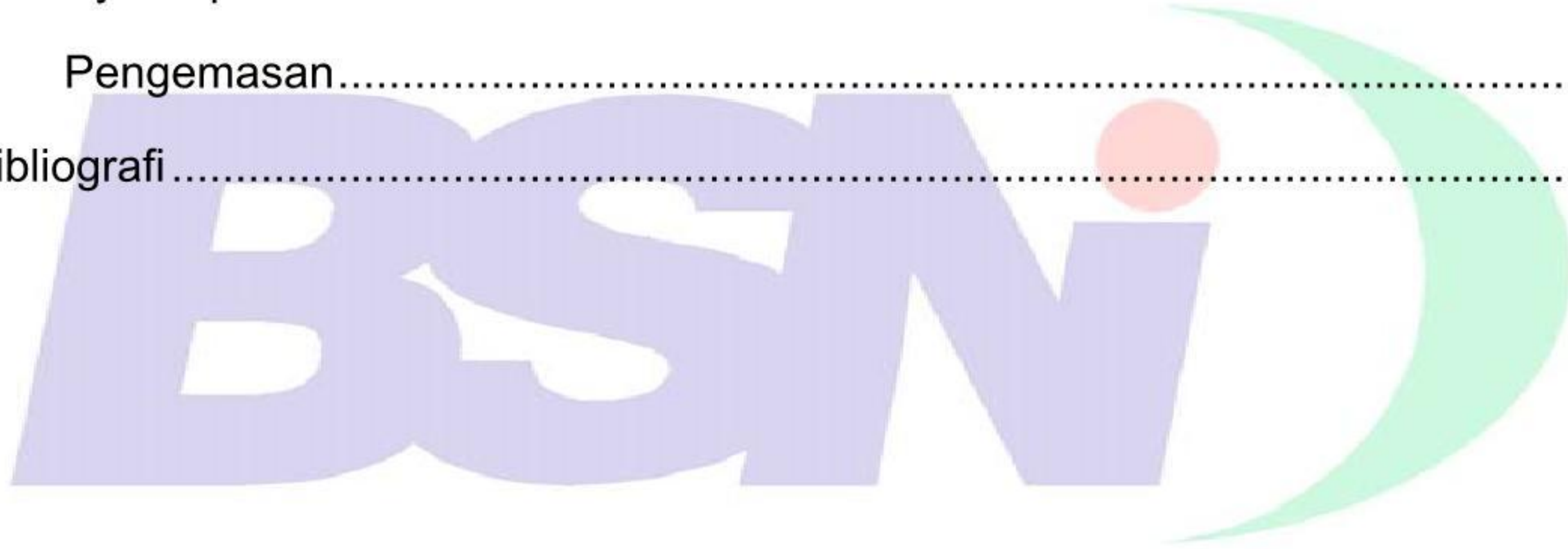


Pupuk NPK padat



Daftar isi

Daftar isi.....	i
Pendahuluan.....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan.....	1
3 Definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Pengambilan contoh	1
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	10
8 Syarat penandaan	10
9 Pengemasan.....	10
Bibliografi.....	11



Pendahuluan

Standar Nasional Indonesia (SNI) 02-2803-2000, *Pupuk NPK padat* (revisi SNI 02-2803-1992) disusun berdasarkan program pemerintah khususnya dalam rangka perlindungan konsumen pupuk.

Standar ini telah dibahas dalam rapat teknis dan rapat prakonsensus di Surabaya pada bulan Oktober 1999 dan terakhir dibahas dalam rapat konsensus di Jakarta pada tanggal 26 Nopember 1999 yang dihadiri wakil-wakil dari instansi teknis terkait, lembaga pengujian, lembaga peneliti dan produsen pupuk NPK.

Standar ini disusun oleh Badan Penelitian dan Pengembangan Industri Departemen Perindustrian dan Perdagangan, Surabaya.



Pupuk NPK padat

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi ruang lingkup, acuan, definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, pengemasan dan syarat penandaan pupuk NPK padat.

2 Acuan

- The International Fertilizer Society Publication.
- Horwitz, W et. al, Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists, Twelfth edition, AOAC, Washington, 1995.
- Pusat Penelitian Tanah dan Agroklimat, Badan Litbang Pertanian, Departemen Pertanian, *Petunjuk teknis uji mutu dan efektivitas pupuk alternatif*.

3 Definisi

Pupuk NPK padat

pupuk buatan berbentuk padat yang mengandung unsur hara nitrogen, fosfor dan kalium

4 Syarat mutu

Tabel 1 Spesifikasi mutu pupuk NPK padat

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	Nitrogen total	%	min. 6
2	Fosfor larut asam sitrat 2 % sebagai P_2O_5	%	min. 6
3	Kalium sebagai K_2O	%	min. 6
4	Jumlah kadar N P_2O_5 dan K_2O	%	min. 30
5	Kadar air	%	maks. 2

Keterangan : Jenis uji nomor 1 sampai dengan nomor 3 adbk (atas dasar berat kering).

5 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

6 Cara uji

6.1 Nitrogen total

6.1.1 Prinsip

Nitrogen dalam contoh dihidrolisis dengan asam sulfat membentuk senyawa amonium sulfat. Nitrat dengan asam salisilat membentuk nitrosalisilat, kemudian direduksi dengan natrium tiosulfat membentuk senyawa amonium. Suling senyawa amonium dalam suasana alkali dengan penampung basil sulingan larutan asam borat. Titrasi dengan larutan asam sulfat sampai warna hijau berubah menjadi merah jambu.

6.1.2 Pereaksi

- Larutan asap, sulfat-salisilat
25 g asam salisilat dilarutkan hingga 1 liter dengan H_2SO_4 pekat.
- Natrium tiosulfat. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Larutan asam borat 1% 1 gram asam borat dilarutkan hingga 100 ml dengan air suling.
- Larutan asam sulfat, H_2SO_4 0,05 N
- Indikator Conway
0,15 gram brom cresol green dan 0,10 gram metil merah dilarutkan hingga 100 ml dengan etanol.
- Larutan natrium hidroksida, NaOH 40%
- Air suling.

6.1.3 Peralatan Neraca analitis;

- Neraca analitis ;
- Labu takar 100 ml, 500 ml, 1 liter;
- Pipet gondok 25 ml;
- Labu Kjeldahl;
- Peralatan suling;
- Termometer 300°C;
- Lumpang porselin penghalus contoh.

6.1.4 Cara kerja

- Timbang teliti 0,5 g contoh yang telah dihaluskan, masukkan ke dalam labu Kjeldahl.
- Tambahkan 25 ml larutan asam sulfat-salisilat goyang hingga merata dan biarkan semalaman.
- Esoknya tambahkan 4 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kemudian panaskan pada suhu rendah hingga gelembung habis. Naikkan suhu secara bertahap maksimum 300°C (sekitar 2 jam) dan

biarkan dingin.

- d) Encerkan dengan air suling, pindahkan ke dalam labu takar 500 ml. kocok dan tepatkan sampai tanda garis.
- e) Pipet 25 ml, masukkan ke dalam labu suling, tambahkan 150 ml air suling dan batu didih;
- f) Suling setelah penambahan 10 ml larutan NaOH 40% dengan penampung hasil sulingan 20 ml larutan asam borat 1% yang ditambah 3 tetes indikator Conway.
- g) Hentikan penyulingan bila hasil sulingan mencapai 100 ml.
- h) Titrasi dengan larutan H_2SO_4 0,05 N sampai titik akhir titrasi tercapai (warna hijau berubah menjadi merah jambu)
- i) Lakukan pengerjaan larutan blanko.

6.1.5 Perhitungan

$$\text{Nitrogen total, \%} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 14.008 \times P \times 100}{W} \times \frac{100}{100 - KA}$$

Keterangan :

- V_1 adalah larutan H_2SO_4 yang digunakan untuk titraasi contoh, ml
 V_2 adalah volume larutan H_2SO_4 yang digunakan untuk titrasi blanko, ml
 N adalah normalitas larutan H_2SO_4
 14,006 adalah berat atom nitrogen
 P adalah pengenceran
 W adalah berat contoh, mg
 KA adalah kadar air, %

6.2 Fosfor larut asam sitrat 2% sebagai P_2O_5

6.2.1 Prinsip

Kadar P_2O_5 ditentukan secara kolorimetri. Ortofosfat yang terlarut direaksikan dengan amonium molibdovanadat membentuk senyawa kompleks molibvanadat asam Fosfat berwarna kuning, intensitas warna yang terbentuk diukur pada panjang gelombang 420 nm atau 440 nm.

6.2.2 Pereaksi

- a) Larutan asam sitrat, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 2%
- b) Larutan ammonium molibdat (80 g/l) = M : 80 g amonium tetra hidrat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan hingga 1 liter dengan air suling;
- c) Larutan amonium metavanadat (4 g/l) = V : 4 g amonium metavanadat, NH_4VO_3

dilartukan dengan 500 ml HClO_4 p.a., dan encerkan hingga 1 liter dengan air suling.

- d) Pereaksi amonium molibdovanadat : Campurkan 1 bagian volume M dan 1 bagian volume V sampai homogen (pencampuran dilakukan pada saat akan digunakan).
- e) Larutan baku P_2O_5 0,5 mg/ml
Timbang teliti 0,9587 g kalium dihidrogen fosfat, KH_2PO_4 (yang telah dikeringkan selama 2 jam pada 105°C) dan larutkan hingga 1 liter dengan air suling.
- f) Air suling.

6.2.3 Peralatan

- a) Neraca analitis
- b) Pengering listrik
- c) Lumpang porselin penghalus contoh
- d) Ayakan mesh 80
- e) Labu takar 100 ml, 500 ml, 1 liter
- f) Corong $\phi = 7$ cm
- g) Kertas saring whatman 40
- h) Erlenmeyer 500 ml
- i) Pipet gondok 5 ml, 50 ml
- j) Pipet ukur 5 ml
- k) Spektiofutorometer

6.2.4 Cara kerja

- a) Penyiapan larutan contoh

Timbang teliti sekitar 1 g contoh halus (lolos ayakan mesh 80), masukkan ke dalam lumpang porselin, tambahkan sedikit demi sedikit larutan asam sitrat 2 % sambil di gerus, tuang ke dalam labu takar 500 ml, bilas sampai lumpang bersih. Encerkan dengan larutan asam sitrat 2 % hingga tanda garis, kocok selama 30 menit. Saring dengan kertas saring Whatman 40 ke dalam Erlenmeyer yang kering.

- b) Pipet 5 ml larutan contoh masukkan labu takar 100 ml
- c) Encerkan dengan 50 ml air suling, tambahkan 5 ml pereaksi amonium molibdavanadat kemudian encerkan dengan air suling hingga tanda garis dan kocok
- d) Siapkan larutan baku P_2O_5 ; 0,5 mg; 1,0 mg, 15 mg, 2,0 mg dan 2,5 mg P_2O_5 (pipet masing-masing 1 : 2 : 3 : 4 dan 5 ml larutan baku P_2O_5 0,5 mg/ml) nasukkan labu takar 100 ml dan lakukan pengerjaan seperti pada contoh.
- e) Lakukan pengerjaan larutan blanko;
- f) Biarkan pengembangan warna selama 10 menit, baca intensitas warna dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm atau 440 nm;
- g) Buat kurva standar; dan

- h) Hitung kadar P_2O_5 dalam contoh.

6.2.5 Perhitungan

$$\text{Fosfor larut asam sitrat 2\% sebagai } P_2O_5, \% = \frac{C \times P}{W} \times 100$$

Keterangan :

- C adalah kadar P_2O_5 dari pembacaan kurva standar, mg
 P adalah pengenceran
 W adalah berat contoh, mg;
 KA adalah kadar air %

6.3 Kalium sebagai K_2O

6.3.1 Metode gravimetri

6.3.1.1 Prinsip

Kalium diendapkan sebagai kalium klorat dan ditetapkan secara gravimetri.

6.3.1.2 Pereaksi

- Asam periklorat, $HClO_4$ p.a.
- Etanol 96%
- Larutan barium klorida, $BaCl_2$ 10%
- Indikator fenol ftalein
- Air suling

6.3.1.3 Peralatan

- Neraca analitis
- Gelas piala 400 ml
- Pengaduk gelas
- Cawan Gooch
- Labu takar 500 ml
- Pipet gondok 10 ml
- Pemanas listrik
- Corong
- Gelas ukur 10 ml
- Kertas saring

- k) Cawan porselin
- l) Pengering listrik
- m) Eksikator

6.3.1.3 Cara kerja

- a) Timbang teliti 5 g contoh, larutkan dengan air suling dalam labu takar 500 ml dan kocok.
- b) Tepatkan dengan air suling sampai tanda garis.
- c) Pipet 10 ml larutan, masukkan ke dalam gelas piala 400 ml dan tambahkan 15 ml larutan BaCl₂ 10%.
- d) Didihkan sampai terbentuk endapan kemudian dinginkan.
- e) Tambahkan indikator fenol ftalein dan CaO p.a. Sampai bereaksi basa kemudian panaskan.
- f) Saring dan tampung hasil saringan pada cawan porselin.
- g) Tambahkan 8 ml HC10₄ p.a., panaskan sampai hampir kering dan timbul asap putih.
- h) Dinginkan dan tambahkan 5 ml HC10₄ 1 % dalam alkohol 96%.
- i) Aduk sambil dihaluskan dengan pengaduk dan saring dengan cawan Gooch berisi 3 lembar kertas yang sudah diketahui berat tetapnya pada 120°C.
- j) Keringkan endapan dan cawan Gooch pada 120°C.
- k) Dinginkan dan timbang
- l) Ulangi pengerjaan sampai berat tetap.

6.3.1.4 Perhitungan

$$\text{Kalium sebagai K}_2\text{O, \%} = \frac{(W_2 - W_1) \times P \times 0,3399 \times 100}{W} \times \frac{100}{100 - KA}$$

Keterangan :

W adalah berat contoh, g

W₁ adalah berat cawan Gooch kosong, g

W₂ adalah berat cawan Gooch + endapan sesudah dikeringkan, g

P adalah pengenceran;

0,3399 adalah faktor kimia K₂O

KA adalah kadar air, %

6.3.2 Metode spektrofotometri

6.3.2.1 Prinsip

Penetapan kalium terlarut secara spektrofotometri.

6.3.2.2 Perekasi

- a) Asam perklorat, HClO_4 , p.a.;
- b) Asam nitrat, HNO_3 p.a.;
- c) Larutan supresor kalium;
- d) 25,34 g CaCl_2 dilarutkan hingga 1 liter dengan air suling
- e) Larutan baku kalium, mg/l
Larutkan KCl p.a. dengan air suling sesuai kebutuhan; dan
- f) Air suling.

6.3.2.3 Peralatan

- a) Neraca analitis;
- b) Lumpang porselin penghalus contoh;
- c) Ayakan mesh 80;
- d) Gelas piala 100 ml;
- e) Labu takar 100 ml, 500 ml, 1 liter;
- f) Pemanas listrik;
- g) Corong Ø 7 cm;
- h) Kertas saring Whatman 40;
- i) Pipet gondok 2 ml, 5 ml, 10 ml
- j) Spektrofotometri Serapan Atom
- k) Lampu katoda kalium.

6.3.2.4 Cara kerja

- a) Timbang teliti sekitar 1 g contoh halus (lolos ayakan mesh 80), masukkan ke dalam gelas piala 100 ml.
- b) Tambahkan 10 ml HClO_4 p.a. dan 6 ml HNO_3 p.a., panaskan hingga timbul asap putih selama 5 menit.
- c) Dinginkan, masukkan ke dalam labu takar 500 ml, encerkan dengan air suling, kocok dan tepatkan sampai tanda garis.
- d) Saring dengan kertas saring Whatman 40 ke dalam Erlenmeyer kering.
- e) Pipet larutan contoh sesuai kebutuhan dan masukkan ke dalam labu takar 100 ml.
- f) Tambahkan 5 ml larutan supresor kalium, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok.
- g) Lakukan pengerjaan larutan blanko.
- h) Ukur konsentrasi kalium dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 7665 nm.

6.3.2.5 Perhitungan

$$\text{Kalium sebagai K}_2\text{O, \%} = \frac{C \times P \times 100 \times 1000 \times 1,2046}{W} \times 100$$

Keterangan :

- C adalah konsentrasi kalium, mg/l
 P adalah pengenceran;
 1,2046 adalah faktor konversi K₂O terhadap
 W adalah berat contoh, mg.

6.4 Kadar air

6.4.1 Metode destilasi

6.4.1.1 Prinsip

Pemisahan azeotropik air dengan pelarut organik

6.4.1.2 Pereaksi

- Xylol
- Toluena.

6.4.1.3 Peralatan

- Neraca analitis
- Labu didih 500 ml
- Batu didih
- Penangas listrik
- Alat Aufhauser
- Labu takar 50 ml.

6.4.1.4 Cara kerja

- Timbang teliti 5 g contoh, masukkan ke dalam labu didih 500 ml dan tambahkan 300 ml xylol serta batu didih
- Sambungkan dengan alat Aufhauser dan panaskan di atas penangas listrik selama satu jam dihitung sejak mulai mendidih. Matikan penangas listrik dan biarkan alat Aufhauser mendingin.
- Bilas alat pendingin dengan xylol atau toluena; dan
- Baca jumlah volume air pada alat Aufhauser.

6.4.1.6 Perhitungan

$$\text{Kadar air, \%} = \frac{W}{V} \times 100$$

Keterangan :

W adalah berat contoh, g

V adalah pembacaan volume air, ml.

6.4.2 Metode Karl Fischer

6.4.2.1 Prinsip

Mendispersikan contoh ke dalam metanol kemudian dititer dengan pereaksi Karl Fischer yang telah diketahui ekuivalen airnya.

6.4.2.2 Pereaksi

- Pereaksi Karl Fischer
- Metanol dengan kadar air maksimum 0,1%
- Air suling.

6.4.2.3 Peralatan

- neraca analitis;
- pipet gondok 50 ml; dan
- alat peniter Karl Fischer.

6.4.2.4 Cara kerja

- Pipet 50 ml metanol masukkan ke dalam tabu titrasi dan titar dengan pereaksi Karl Fischer sampai terjadi perubahan warna dari kuning menjadi merah jingga
- Timbang teliti 0,1 g air suling, masukkan labu titrasi, teruskan penitaran sampai titik akhir tercapai (warna berubah dari kuning menjadi merah jingga)
- Hitung angka ekuivalen air dari pereaksi Karl Fischer (F) dalam mg air/ml pereaksi

$$F = \frac{W_a}{V}$$

Keterangan

W_a adalah berat air, dinyatakan dalam miligram (mg);

V adalah volume pereaksi Karl Fischer yang diperlukan untuk titrasi air suling, ml.

- d) Timbang teliti 2 g - 3 g contoh masukkan ke dalam labu titrasi dan tambahkan 50 ml metanol, aduk sampai homogen
- e) Titar dengan larutan Karl Fischer sampai tercapai titik akhir.

6.4.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar air, \%} = \frac{V_c \times F}{W} \times 100$$

Keterangan :

V_c adalah volume pereaksi Karl Fischer yang diperlukan LIMA titrasi contoh. nil

F adalah ekuivalen air, mg air/ml pereaksi

W adalah berat contoh, mg.

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji bila memenuhi Tabel 1.

8 Syarat penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan:

- a) Nama produk/nama dagang
- b) Kadar N
- c) Kadar K₂O
- d) Kadar P₂O₅
- e) Berat bersih
- f) Lambang
- g) Nama produsen
- h) Tulisan : Jangan pakai gancu

9 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi dan mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

Bibliografi

- The International Fertilizer Society Publication.
- Horwitz, W et. al, Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists, Twelfth edition, AOAC, Washington, 1995.
- Pusat Penelitian Tanah dan Agroklimat, Badan Litbang Pertanian, Departemen Pertanian, *Petunjuk teknis uji mutu dan efektivitas pupuk alternatif*.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id